

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Patent Application of)
Kent MALMGREN) Group Art Unit: 1771
Application No.: 09/651,130) Examiner: Kimberly White
Filed: August 30, 2000) Confirmation No.: 1064
For: ABSORBENT FOAM MATERIAL, A)
METHOD OF PRODUCING IT AND)
AN ABSORBENT STRUCTURE)
CONTAINING SAID FOAM)
MATERIAL)

CLAIM FOR CONVENTION PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application in the following foreign country is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

Swedish Patent Application No. 9903071-0

Filed: August 30, 1999

In support of this claim, enclosed is a certified copy of said prior foreign application. Said prior foreign application was referred to in the oath or declaration. Acknowledgment of receipt of the certified copy is requested.

Respectfully submitted,

BURNS, DOANE, SWECKER & MATHIS, L.L.P.

Date: November 4, 2002

By: Sally A. Ferrett
Sally A. Ferrett
Registration No. 46,325

P.O. Box 1404
Alexandria, Virginia 22313-1404
(703) 836-6620

RECEIVED
NOV 6 2002
TC 1700

PRV

PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET
Patentavdelningen

**Intyg
Certificate**

Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.

(71) *Sökande* SCA Hygiene Products AB, Göteborg SE
Applicant (s)

(21) *Patentansökningsnummer* 9903071-0
Patent application number

(86) *Ingivningsdatum* 1999-08-30
Date of filing

Stockholm, 2000-09-19

*För Patent- och registreringsverket
For the Patent- and Registration Office*

Åsa Dahlberg
Asa Dahlberg

*Avgift
Fee* 170:-

1999 -08- 3 0

Huvudförexen Kossan

1

Absorberande skummateriel, metod för dess framställning och absorberande struktur innehållande sagda skummaterier

Tekniskt område

Föreliggande uppföring avser ett vätskeabsorberande öppencelligt polymert skummaterial med egenskaper som gör det lämpligt att användas som absorberande struktur i ett absorberande alster, såsom blöja, blöjbyxa, dambinda, inkontinensskydd, sårforband, bäddunderlägg etc. Dessutom avses en metod för framställning av ett sagda skummateriel, varvid man löser en polymer i ett lösningsmedel, tillsätter en tensid och framkallar skumbildning, varefter man åstadkommer en tvärbindning av polymeren i den uppskummade blandningen medelst en tvärbindare. Uppfinningen avser även en absorberande struktur i ett absorberande alster av ovan angivet slag innehållande sagda skummaterier.

Uppfinningens bakgrund

Absorberande alster av ovan angivet slag är avsedda för absorption av kroppsvätskor som urin och blod. De uppvisar vanligen ett vätskegenomsläppligt ytskikt, vilket under användning är vänt mot användarens kropp och vilket exempelvis utgörs av ett nonwovenmateriel av spunbondtyp, ett meltblownmateriel, en kardad bunden vadd etc. Vidare uppvisar de ett vätsketätt bottenskikt, exempelvis en plastfilm, ett plastbelagt nonwoven eller ett hydrofobt nonwoven, samt en mellan det vätskegenomsläppliga ytmaterialet och det vätsketäta bottenskiktet anbragt absorberande struktur. Den sistnämnda kan i sin tur vara uppbyggd av flera skikt såsom vätskemottagningsskikt, lagringsskikt och spridningsskikt för att den skall uppfylla de funktioner som är önskvärda i en absorberande struktur, nämligen förmåga att snabbt ta emot vätska, sprida den i strukturen samt lagra den.

Som vätskemottagningsskikt används material som uppvisar en hög momentan vätskemottagningskapacitet. Sådana material är öppna, bulkiga strukturer med stora kapillärer, exempelvis cellulosafluffmassa av termomekanisk eller kemitermomekanisk (CTMP) typ, på kemisk väg förstyrvad cellulosafiber, syntesfiberstrukturer av olika slag samt porösa skummaterier.

1999 -08- 3 0

Huvudfaxon Kassan

2

Som lagringsskikt används vanligen cellulosafluffimassa med inblandning av s k superabsorbenter, vilka är polymerer med förmåga att absorbera flera gånger sin egen vikt (10 gånger eller mer) kroppsvätska. Det är också känt att använda absorberande skummateriel som lagringsskikt. Som spridningsskikt kan användas cellulosafluffimassa, tissueskikt, skum, syntetfibrer och liknande uppvisande hög vätskespridningsförmåga. Det är även tänkbart att kombinera funktioner såsom exempelvis lagring och spridning i ett och samma skikt.

5

Det är tidigare känt genom exempelvis US-A-3,512,450, EP-A-0 293 208 och EP-A-0 10 804 913 att använda ett komprimerat skummateriel av regenererad cellulosa, t ex viskos, som absorberande struktur i ett absorberande alster av ovan angivet slag, t ex en binda. Alstret kan härigenom göras mycket tunt och ändå uppvisa en hög absorptionskapacitet. Det komprimerade viskosskummet expanderar snabbt i z-rikningen när vätska absorberas av materialet i samband med vätning.

15

20

Framställning av polysackaridbaserade absorberande skummer genom att en vattenlösning av en polysackarid och en tensid skummas genom en mekanisk bearbetning eller gasinförsel, samt att därefter en stabilisering av skummet sker genom tvärbindning med en kovalent eller jonisk tvärbindare, är tidigare känt genom WO 94/00512 samt EP-A-0 747 420. Skummet kan bland annat användas som bärarmaterial i medicinska applikationer samt i sår förband. Inget nämnts om specifika absorberande egenskaper.

WO 95/31500 beskriver framställning av absorberande porösa skummer med en medelpordiameter under 100 µm. Skummet framställs genom att en polymer och en tvärbindare lösas i ett lösningsmedel, varefter en fasseparation sker i en polymerkoncentrerad fas och en polyinerutspädd fas, och där tvärbindning av polymeren sker i den koncentrerade fasen. Det framställda skummet slägs uppvisa en absorptionskapacitet på minst 2 och företrädesvis minst 10 g/g och vara lämpat som absorptionsmaterial i bland annat blöjor.

25

30

1999 -08- 3 0

Huvudfaxen Kassan

3

I EP-B-0 598 833 beskrivs ett skummateriale avseit som absorberande struktur av ovan angivet slag. Skummaterialet uppvisar en specificerad porvolym, specifik ytarea samt förmåga att återta sin volym efter komprimering. Skummet utgörs av ett s k "HIPE"-skum (high internal phase emulsion), vilket innebär att skummet framställs genom polymerisering av en vatten-i-oljeemulsion. Den fasta fasen i skummet skapar ett kapillär-system, vilket tar emot, sprider och lagrar vätska. Det finns ingen angivelse om skummets vätskelagringsförmåga uppmätt genom CRC (centrifuge retention capacity), vilket är ett mått på skummetts förmåga att i sin fasta fas genom svällning av cellväggarna hårt binda vätska, s k gelvätska.

10

Uppfinningens ändamål och viktigaste kännetecken

Ändamålet med föreliggande uppfinning är att åstadkomma ett skummateriale lämpat att användas som absorberande struktur i absorberande alster av ovan angivet slag och vilket uppvisar multifunktionella egenskaper, på så sätt att skummaterialet samtidigt uppfyller funktionen av vätskemottagningsskikt, lagringsskikt och spridningsskikt, nämligen förmåga att snabbt ta emot vätska, sprida den i strukturen samt lagra den. Detta har enligt uppfinningen uppfyllts genom att skummaterialet uppvisar en absorptionshastighet vid vätning på minst 0.4 ml/s för en rund provbit med diametern 50 mm, en vätskespridningsförmåga vid 30° lutning på minst 15 g/g och vätskelagringsförmåga på minst 9% uppmätt genom CRC (centrifuge retention capacity), varvid testvätskan i samtliga fall utgörs av syntetisk urin.

15

Enligt ett föredraget utföringsexempel är dess absorptionskapacitet vid vätning minst 0.5 ml/s, dess vätskespridningsförmåga vid 30° lutning minst 16 g/g, och dess vätske-
lagringsförmåga uppmätt genom CRC minst 11 %.

20

Det är även möjligt att skummaterialet i sitt porsystem innehåller fibrer.

25

Uppfinningen avser även en metod för framställning av ett absorberande skummateriale som lämpar sig för användning i absorberande produkter som blöjor, bindor, inkon-

30

1999 -08- 3 0

Huvudfoxen Kassan

4

tintenssskydd och liknande och som uppfyller de ovan ställda absorptionsegenskaperna. Metoden skall dessutom lämpa sig för ett stort antal polymera material, inkluderande polymerer baserade på föryelsebar råvara såsom polysackarider och polypeptider.

5 Detta har enligt uppsättningen åstadkommits genom att man löser en polymer i ett lösningsmedel, tillsätter en tensid och framkallar skumbildning, och att man tillsätter en tvärbindare till den uppskummade blandningen, varefter man sänker temperaturen på det bildade skummet till en temperatur under lösningsmedlets frys punkt och att tvärbindningsreaktionen får fortgå under frysningsteget, och att man därefter avlägsnar huvud-
10 delen av lösningsmedlet från det bildade skummaterialet.

Genom frysningsteget ges skummet unika egenskaper vad beträffar vätskeabsorption samt får en fast porös struktur samtidigt som det är mjukt och flexibelt. Det antas att frysningsteget påverkar tvärbindningen på ett positivt sätt, vilket i sin tur påverkar skummetts struktur och formstabilitet. Skummet kan även komprimeras till en hög densitet, för att därefter kunna svälla och expandera vid vätskekонтакт.

Polymeren är företrädesvis en polysackarid eller polypeptid.
20 Lösningsmedlet är företrädesvis vatten.

Enligt ett utföringsexempel kan man till polymerlösningen även tillsätta fibrer, företrädesvis hydrofila fibrer såsom exempelvis cellulosafibrer.

25 Det kan ibland vara önskvärt att framställa absorptionsprodukter som följer kroppsförmen, vilket med skummet enligt uppsättningen kan åstadkommast genom att man efter skumbildningen och före frysningen applicerar skummet i en form i vilket det befinner sig under frysningen.

Uppfinningen avser dessutom absorberande strukturer i absorberande alster såsom blöja, blöjbyxa, dambinda, inkontinensskydd, sårsförband, bäddunderlägg etc., vilken

1999 -08- 3 0

Huvudfaxen Kassan

5

absorberande strukturen innehåller ett vätskeabsorberande öppencelligt skummateriel enligt ovan. Enligt ett utföringsexempel ingår sagda skummateriel som enda komponent i den absorberande strukturen. Enligt ytterligare ett utföringsexempel uppvisar skummaterialen en tredimensionell kroppsanpassad form.

5

Beskrivning av ritningar

Uppfinningen kommer i det följande att närmare beskrivas med hänvisning till på bifogade ritningar visade utföringsexempel.

Fig. 1 visar en mätapparat för bestämning av absorptionshastigheten.

10 Fig. 2 visar ett exempel på en absorptionskurva uppmätt med mätapparaten enligt Fig. 1.

Fig. 3 visar en mätapparat för bestämning av vätskespridningshastigheten.

Fig. 4 a och b visar porvolymäsfördelningen för ett skummateriel enligt uppföringen.

Fig. 5 och 6 visar elektronmikroskopbilder (ESEM) på ett skummateriel enligt uppföringen i torrt respektive vått tillstånd.

15 Fig. 7 och 8 visar elektronmikroskopbilder (ESEM) på ett kommersiellt tillgängligt viskosskum (Vileda) i torrt respektive vått tillstånd.

Beskrivning av utföringsexempel

Uppfinningen avser således vätskeabsorberande skummateriel med speciella väldefinierade egenskaper som gör dem lämpliga att använda som absorbenter för kroppsvätskor, 20 såsom urin, blod och sårvätska. Skummaterialet kan således användas som hela eller delar av den absorberande strukturen i absorberande alster som blöjor, blöjbyxor, dambindor, inkontinensskydd, sårförband, bäddunderlägg etc.

25

Ett skum är uppbyggt av ett sammanhängande tredimensionellt nätverk eller cellulär struktur av en fast eller flytande fas, vilken omger en däri dispergerad gasfas. I ett polymeriskt skum utgörs den fasta fasen av ett polymert material, vilket bildar cellväggarna i den kontinuerliga cellulära fasen. Cellerna kan ha olika form, storlek och topografi samt vara öppna eller slutna. I detta fall avses en öppencellig struktur, där cellerna står i förbindelse med varandra. Som skum definieras enligt uppföringen även sådana material där fibrer av olika slag integrerats i cellstrukturen.

30

1999 -08- 3 0

Huvudfoxen Kossan

6

Polymera skum framställs utgående från polymeren eller de monomerer som skall polymeriseras eventuellt med tillsats av tvärbindare, skumbildande kemikalier och/eller tillsatser för cellstabilisation. Olika metoder finns för skumalstring såsom mekanisk omrörning, luftgenomblåsning, uppvärmning, gasgenerering, förångning, enzymatisk nedbrytning och fassepareringstekniker.

5

Flera öppencelliga polymert skummateriel fungerar bra som vätskeabsorberter och kan komprimeras kraftigt, för att sedan svälla vid vätskekontakt varvid vätskan absorberas in i skummets cellstruktur.

10

Enligt uppfinningen avses sådana öppencelliga polymera skummateriel som uppvisar multifunktionella absorptionsegenskaper, där man i ett och samma material uppnått goda funktioner såväl av vätskeintagningsförmåga, spridningsförmåga som lagringsförmåga. Materialet skall däremed samtidigt kunna uppfylla funktionen av vätskemottagningsskikt, spridningsskikt och lagringsskikt.

15

Enligt ett föredraget utföringsexempel av uppfinningen utgör skummaterialet enligt uppfinningen den enda komponenten i det absorberande alstrets absorberande struktur. Det kan även ersätta det vätskegenomsläppliga ytmaterial, som normalt täcker den absorberande strukturen och vilket är avsett att vara beläget närmast användarens hud.

20

För att ett absorptionsmaterial skall ha de önskade multifunktionella egenskaper krävs att det uppvisar en relativt bred porvolymsfördelning, dvs det skall i sin kapillärstruktur innehålla porer med varierande medelporstorlek inom intervallet 0-500 μ m. Porvolymsfördelningen (PWD) bestäms med hjälp av en PVD-apparat tillverkad av Textile Research Institute, Princeton, USA. PVD-apparatens funktion beskrivs utförligt i Miller, B. Och Tyomkin, L. Textile Research Journal 56(1986) 35.

25

För att ett skum skall vara uppvisa de eftersträvade multifunktionella absorptionsegenskaperna är det önskvärt med fördelning av dess absorptionskapacitet i form av kapillärvätska och gelvätska. Med gelvätska avses vätska i porer mindre än 3 μ m och

30

1999-08-30

Huvudfoxen Kassan

7

med kapillärvätska avses löst bunden vätska i porer större än 3 µm och upp till 500 µm.

Gelvätskan är den vätska som hålls hårdast kvar i strukturen. Det är önskvärt att gelvätskeabsorptionen bestämd som den totala vätskemängden i porer under 3 µm enligt PVD-mätning, uppgår till minst 4 g/g och företrädesvis minst 5 g/g syntetisk urin.

Kapillärvätskeabsorptionen bestämd som den totala vätskemängden i porer mellan 3-100 µm enligt PVD-mätning, bör uppgå till minst 8 ml/g, företrädesvis minst 10 ml/g.

5

Såsom angivits ovan skall skummaterialet enligt uppförningen uppvisa definierade värden på vätskemottagnings-, spridnings- respektive lagringsförmåga. Således skall dess det uppvisa en absorptionshastighet vid vätsning på minst 0.4 ml/s för en rund provbit med diametern 50 mm, vilken absorptionshastighet bestäms enligt nedan definierade mätmetod för väteskemottagningsförmåga. Företrädesvis skall absorptionshastigheten vara 0.5 ml/s. Skummets spridningsförmåga vid 30° lutning skall vara minst 15 g/g och företrädesvis minst 16 g/g, uppmätt enligt nedan definierade mätmetod för spridningsförmåga. Skummets lagringsförmåga skall vara minst 9% företrädesvis minst 11% uppmätt enligt nedan definierade mätmetod för lagringsförmåga (CRC=centrifuge retention capacity).

10

15

Testvätska

20

I samtliga fall utgjordes testvätskan av syntetisk urin enligt följande recept: 0,66 g/l MgSO₄, 4,47 g/l KCl, 7,60 g/l NaCl, 18,00 g/l NH₂CONH₂ (urea), 3,54 g/l KH₂PO₄, 0,754 g/l Na₂HPO₄, 1 ml/l av en 0.1% lösning av Triton X-100, vilket är en tensid såld av Aldrich. Substanserna löstes i avjoniserat vatten.

25

Absorptionshastighet

Vätskemottagningsförmågan uppmättes enligt nedan beskrivna mätapparatur för bestämning av absorptionshastigheten hos ett prov. Mätapparaten visas i Fig. 1 och innefattar ett stativ 10 med en hållare 11 för en glasfilterplatta 12 (porositet 1, leverantör Werner-Glas AB, Stockholm) och hållare 13 för tjockleksmätare 14. Glasfilterplattan 12 förses med vätska (syntetisk urin) från en glasskål 15 placerad på en våg 16. Hållaren 11 för glasfilterplattan 12 är höj- och sänkbar, vilket gör de hydrostatiska trycket reglerbart

30

1999 -08- 3 0

Huvudfaxen Kassan

8

Vätskenivån i skålen 15 skall vara 2 cm under glasfilterplattens 12 nivå. Med detta hydrostatiska tryck kommer porer upp till $250 \mu\text{m}$ att fyllas med vätska om kontaktvinkel mellan provet, vilket är placerat på glasfilterplattan 12, och vätskan antas vara 70° . Mätsignalerna från vägen och tjockleksmätaren sänds till en dator med 15 värden/s vid mätperioder upp till 60 sek. Vid längre mätperioder blir signalhastigheten lägre. Mätningen startas automatiskt med hjälp av en kontakt när provet når glasfilterplattan 12. Mätsresultatet ritas ut i en skrivare som funktion av tiden.

5

10

15

Runda provbitar med diametern 50 mm stansades ut från skummaterialet. Skummaterialet var före provningen konditionerad minst 4 timmar vid 50% relativ luftfuktighet och en temperatur av 23°C . Glasfilterplattan 12 skall vara mättad med testvätska (syntetisk urin) när mätningen påbörjas. Provbitarna fästes mot glasfilterplatten med ett par minimala bitar dubbelhäftande tejp. Provbitarna belastades under mätningen med ett tryck av 0.57 kPa.

20

Absorptionsförloppet kan indelas i tre faser:

- 1) "Startfasen". Provbiten absorberar vätska ojämnt på den yta som är i kontakt med glasfilterplattan. Först då hela ytan är täckt med vätska startar nästa fas "steady state".
- 2) "Steady state". Här sprider sig vätskan som en front upp genom provbiten, dvs. absorptionen sker endast i z-riktningen. Den absorberade vätskemängden ökar linjärt med tiden.
- 3) "Avslutningsfas". Här har vätskan nått toppen på provbiten och börjar spridas över hela den övre begränsningsytan. När hela den övre ytan är täckt av vätska avstannar absorptionen.

25

Et exempel på en absorptionskurva visas i Fig. 2, varvid kurvan I visar absorptionsförloppet och kurva II tjockleksförändringen av provet under absorptionen.

1999 -08- 3 0

Huvudfoten Kassan

9

Absorptionshastigheten i "steady state" räknas fram på absorptionskurvans linjära del, där den absorberade vätskemängden ökar linjärt med tiden, dvs som kurvans riktningskoefficient och uttrycks i ml/s.

5

Vätskespridningsförmåga

Vid denna metod mäts den mängd vätska som materialet placerat i 30° vinkel absorberar och sprider under 60 minuter. Provbitar med dimensionen 1.5 x 28 cm utstansades.

10

Proven konditionerades i 50% relativ fuktighet (RH) och 23 °C i 24h ±2h. Proven kan härefter förvaras mörkt i plastpåsar upp till 14 dagar. Provningarna genomfördes i klimatrum 50% RH och 23 °C.

15

En mätapparatur som schematiskt visas i Fig.3 användes vid testerna. Mätapparaturen innehåller en våg 17, en plexiglasskiva 18 och en vätskebehållare 19, i vilken vätskeytan indikeras med 20. Vätskebehållaren 21 placeras intill vågen 17, varvid det är viktigt att båda intar ett horisontellt läge. Plexiglasskivan 18 placeras på vågen i 30° lutning relativt horisontalplanet utan att den vidrör vätskebehållaren 19. Testvätska hälls i vätskebehållaren 19, så att 20 mm av plexiglasskivan är under vätskeytan 20. Provbiten vägs med en mätnoggrannhet på 0.1 g och placeras på plexiglasskivan 18 utan att provbiten vidrör vätskan. Vågen tareras härefter. Provbiten förflyttas därefter längs plexiglasskivan 18 så 20 mm av provet hamnar under vätskeytan, dvs. provets ände befinner sig 10 mm under vätskeytan 20 sett i lodrätt riktning, varefter provet fixeras i detta läge med en klämma. Efter exakt 60 minuter avbryts mätningen och provbitens vikt noteras igen. Dessutom mäts hur lång bit av provet som är blött dels på undersidan dels på ovansidan.

20

Den vätskespridande förmågan anges som: m_2/m_1 (g/g) där m_2 är det blöta provets vikt efter mätningen, och m_1 är det torra provets vikt före mätningen.

25

Lagringsförmåga

Skummaterialets lagringsförmåga uppmäts enligt den s k CRC-metoden (centrifuge retention capacity). Denna innebär att provet får absorbera vätska fritt till mätnad och

1999-08-30

Huvudfoxen Kassan

10

vägs, varvid vikt_(mättad) erhålls. Därefter centrifugeras provet under 10 minuter vid 1500 rpm, vilket ungefär motsvarar en belastning på 300g. Provet vägs efter centrifugeringen, varvid vikt_(centrifugering) erhålls. Genom att sedan beräkna kvoten mellan vikt_(centrifugering) och vikt_(mättad) och multiplicera med 100 erhålls provets lagringsförmåga i procent.

5

Metod för framställning av skummateriel enligt uppförningen

Nedan beskrivs en metod för framställning av ett skummateriel enligt uppföringen. Som ett första steg vid skumframställningen bereds en polymerlösning genom att en polymer lösas i ett lösningsmedel, företrädesvis vatten. Polymeren utgörs företrädesvis av en polymer innehållande funktionella tvärbindningsbara grupper, t ex karboxyl-, hydroxyl- eller aminogrupper, exempelvis en polysackarid eller polypeptid. Exempel på användbara polysackarider är karboximetylcellulosa (CMC), karboxyethylcellulosa, stärkelsederivat etc.

10

I fallet CMC är en lämplig koncentration på polymerlösningen 0.5-10 vikts-%, varvid vattnet används som lösningsmedel. Denna koncentration får dock anpassas efter den använda polymeren.

15

Därefter tillsätts en lämplig tensid och genom mekanisk omrörning skapas ett skum. Alternativt används luftgenomblåsning för att skapa skummet. Eventuellt kan två eller flera olika tensider tillsättas lösningen för att styra det färdiga skummets egenskaper såsom porositet och stabilitet.

20

Om man vill att det färdiga skummet skall innehålla fibrer tillsätts dessa lämpligen i samband med skumningen av polymerlösningen. Fibrerna används främst för att förbättra det färdiga skummets mekaniska egenskaper. Dels torde skummets förmåga att motstå brott vid både drag- och skjutbelastningar öka och dels torde det bli mera komprimerbart, dvs det kan komprimeras till höga densiteter och ändå expandera vid vätning. Det senare förbättrar naturligtvis skummets förmåga att kapillärt absorbera vätska efter komprimering och då man ofta eftersträvar lurnhet hos absorptionsprodukter

25

30

35

40

45

50

kan fibertillsats ge speciella fördelar. Dessutom torde fibertillsats förbättra skummetts vätskespridande egenskaper.

Lämpliga fibrer utgörs av olika typer av hydrofila naturliga eller syntetiska fibrer.

5 Företrädesvis används massafibrer, i synnerhet av kemisk massa.

Vid användning av CMC som polymer substans tillsätts lämpligen en alkalilösning, t ex NaOH, för att aktivera CMC:n för reaktion med tvärbindare. Andelen alkali relativt mängden tvärbindare påverkar reaktionshastigheten, vilken ökar vid en ökning av alkalinmängden. Tillsatsordningen mellan polysackarid (CMC), tensid, eventuella fibrer och alkali kan varieras och man kan även blanda alla komponenterna samtidigt. Det är dock viktigt att de blandas väl och att luft eller eventuellt någon annan gas kan arbetas in i materialet så att ett poröst skum bildas. Metoder för blandning och skummalstring kan vara mekanisk omrörning, gasinblåsning eller extruderings under tryckreduktion.

15 I nästa steg skall tvärbindaren blandas in. Här vill man ha en homogen fördelning av denna i materialet innan tvärbindning börjar ske. Det kan därför vara fördelaktigt att arbeta vid låga temperaturer, då temperaturen är viktig för reaktionshastigheten.

20 Exempelvis kan skummet kylas till temperaturer nära 0°C innan tvärbindartillsats. Det kan dock vara möjligt att få goda resultat även med rumstempererade skum speciellt om alkaldosen reduceras.

25 Lämpliga tvärbindare utgörs av cyanurklorid, formaldehyd, dimetylolurea, diepoxider, glutaraldehyd, glyoxal, divinylsulfon, epiklorhydrin etc. Tvärbindaren tillsätts under kraftig mekaniskt omrörning för att erhålla en god inblandning. Eventuellt kan tvärbindaren lösas i en mindre mängd lösningsmedel för att underlätta fördelningen av tvärbindaren i skummet.

30 Efter detta steg formas det viskösa men flytande skummet genom att det placeras i en lämplig form. Därefter sker en frysning av skummet. Efter upptäring av det frysta skummet har detta övergått från en flytande form till en fast, porös och vätskeabsor-

1999 -08- 3 0

Huvudfoxen Kassan

12

berande form med unika egenskaper med avseende på vätskemottagnings-, spridnings- och lagringsförmåga.

Enligt en teori till vilken dock uppsinningen ej är bunden sker under frysningsteget
5 följande saker:

a) Vattnet koncentreras i form av iskristaller, som bryter upp skumsstrukturen och gör den porös efter borttagandet av vattnet. Detta påverkar gynnsamt materialets absorptionsförmåga.

10 b) Som en följd av utseparationen av vattnet i samband med iskristallbildningen, sker en koncentration av polymeren mellan iskristalleerna. Detta gör att polymerkedjorna kommer närmare varandra, varvid det minskade avståndet mellan polymerkedjorna ökar möjligheten till tvärbindningsreaktion.

15 c) Vattenseparationen gör dessutom att alkalihalten i närheten av polymerkedjorna ökar, vilket gör dem mer benägna att reagera med tvärbindaten.

Efter frysning och upptining tvättas skummet för att avlägsna oönskade kemikalier och säkerställa att materialet är ofarligt ur produktsäkerhetssynpunkt. Detta steg kombineras lämpligen med att materialet avsväls och vatten bortsörs. Skummet tvättas härvid med något lämpligt lösningsmedel som kan avsvälja skummet och lösa vattnet. Exempel på sådana lösningsmedel är etanol, aceton och metanol. Slutligen torkas materialet genom att vätskan avdunstas.

25 Det färdiga skummet har en fast porös struktur och är även mjukt och flexibelt. Det har utomordentliga absorptionsegenskaper som gör det lämpligt att användas i olika typer av absorptionsprodukter såsom omtalats ovan. Det låter sig även formas till önskad tredimensionell form, vilken bestäms av den form i vilken skummet är applicerad under frysningsteget. Skummet kan komprimeras till en hög densitet, för att därefter åter svälla vid vätskekontakt under absorption av vätskan. Den senare egenskapen är mycket intressant om skummet skall användas i tunna produkter.

1999 -08- 3 0

Huvudfaxen Kassan

13

Exempel 1-3 nedan beskriver framställning av några olika skummaterial enligt uppföringen tabell 1 visar beskriver materialens absorptionsegenskaper i jämförelse med några referensmaterial.

5 *Använda råvaror vid skumframställningen*

Cekol 50000 Karboximetylcellulosa från Metsä Chemicals. Högviskös kvalitet med en substitutionsgrad av ca. 0.8.

10 Celpol RX Karboximetylcellulosa från Metsä Chemicals. Högviskös kvalitet med en substitutionsgrad av ca. 1.2.

Barrsulfatmassa SCA Graphic Paper, Sundsvall, Sverige.

15 Cyanurklorid Merck-Schuchardt. Renhetsgrad: för syntes.

Berol 048 Nonjonisk tensid från Akzo Nobel.

BeroCell 451 Anjonisk tensid från Akzo Nobel.

20 Natriumhydroxid EKA Nobel. Renhetsgrad: min 97%.

Metyletylketon E. Merck. Renhetsgrad: för syntes.

25 *Exempel 1*

Ett flytande skum tillverkades genom kraftfull mixning med elvisp av följande blandning: 220 g av en 3%-ig lösning av Celpol RX i vatten, 2.82.g blekt barrsulfatmassa, 80 g vatten, 0.13 g NaOH, 1.0 g BeroCell 451 och 1.0 g Berol 048. Skummet kyldes till en temperatur på ca. 2°C varefter 0.264 g cyanurklorid löst i 5 g metyletylketon tillsattes till skumblandningen.

Efter kraftig omrörning under 3 minuter ströks skummet ut till ett skikt med en area av ca. 1600 cm² på en plan plastyta (PVC) och frystes vid ca. -18°C. Efter ca. 20 timmar lösgjordes det frysta skummet från plastytan och fick tina i vattenbad. Ett vattensvällt men olösligt skum erhölls. Detta tvättades och avsvälldes genom lakning i etanol och torkades vid rumstemperatur. Efter torkning komprimerades det fasta skummet genom

1999 -08- 3 0

Huvudfaxen Kassan

14

pressning mellan valsar i en laboratoriekalender av märket Küsters till en bulk på ca. 3.0 cm³/g.

Exempel 2

5 Två flytande skum tillverkades genom kraftfull mixning av följande blandningar:

4. 110 g av en 3%-ig lösning av Celpol RX i vatten, 1.41 g blekt barsulfatmassa, 40g vatten, 0.057 g NaOH, 0.5 g Berocell 451 och 0.5g Berol 048.
- 10 2. 110 g av en 3%-ig lösning av Cekol 50000 i vatten, 1.41 g blekt barsulfatmassa, 40g vatten, 0.091 g NaOH, 0.5 g Berocell 451 och 0.5g Berol 048.

15 De båda skummen kyldes till en temperatur av ca. 2°C varefter 0.264g cyanurklorid löst i 5g metyletylketon tillsattes till den förstnämnda skumblandningen. Efter kraftfull omrörning under ca. 3 minuter blandades skummen och mixades noga under ca. 2 minuter.

20 Därefter ströks skummet ut till ett skikt med en area av ca. 1600 cm² på en plan plastytta (PVC) och frystes vid ca. -18°C. Efter ca. 20 timmar lösgjordes det frysta skummet från plastytan och fick tina i vattenbad. Ett vattensvällt men olösligt skum erhölls. Detta tvättades och avsvälldes genom lakning i etanol och torkades vid rumstemperatur. Efter torkning komprimerades det fasta skummet genom pressning mellan valsar till en bulk på ca. 3.1 cm³/g.

25

Exempel 3

Två flytande skum tillverkades genom kraftfull mixning av följande blandningar:

5. 110 g av en 3%-ig lösning av Celpol RX i vatten, 1.41 g blekt barsulfatmassa, 40g vatten, 0.057 g NaOH, 0.5 g Berocell 451 och 0.5g Berol 048.
30. 2. 110 g av en 3%-ig lösning av Cekol 50000 i vatten, 1.41 g blekt barsulfatmassa, 40g vatten, 0.091 g NaOH, 0.5 g Berocell 451 och 0.5g Berol 048.

1999-08-30

Huvudfaxen Kassan

15

De båda skummen kyldes till en temperatur av ca. 2°C varefter 0,264g cyanurklorid lösades i 10g metyletylketon tillsattes till den förstnämnda skumblandningen. Efter kraftfull omrörning under ca. 3 minuter blandades skummen och mixades noga under ca. 2 minuter.

5

Därefter ströks skummet ut till ett skikt med en area av ca. 1600 cm² på en plan plastyt (PVC) och frystes vid ca. -18°C. Efter ca. 20 timmar lösgjordes det frysta skummet från plastytan och fick tina i vattenbad. Ett vattensättligt men olösligt skum erhölls. Detta tvättades och avsvälldes genom lakning i etanol och torkades vid rumstemperatur. Efter torkning komprimerades det fasta skummet genom pressning mellan valsar till en bulk på ca. 2,4 cm³/g.

10

Mätresultat absorptionsegenskaper

I nedanstående Tabell 1 redovisas de mätvärdenen avseende absorptionshastighet, vätskespridningsförmåga och vätskelagringsförmåga som uppmättes för de olika testskummen 1, 2 och 3 enligt ovanstående Exempel 1, 2 och 3 i jämförelse med några referensmaterial i form av ett par kommersiellt tillgängliga skummaterial, närmare bestämt Vileda från Freudenberg Household Products AB respektive Vibrofoam från Nova-Sorb Ltd.

20

Tabell 1

Material	Abs.hastighet (ml/s)	Spridningsförmåga (g/g)	Lagringsförmåga (%)
Testskum 1	0.48	16.1	30
Testskum 2	0.53	18.8	26
Testskum 3	0.63	24.2	12
Vileda	2.1	4.5	5.5
Vibrofoam	0.015	-	53

1999 -08- 3 0

Huvudforsen Kassan

16

Av dessa resultat framgår att skummaterialet enligt uppfinningen uppvisar såväl hög absorptionshastighet, vätskespridningsförmåga som lagringsförmåga, medan referensmaterialet antingen uppvisar hög absorptionshastighet (Vileda) eller hög lagringsförmåga (Vibrofoam).

5

Porvolymsfördelningsmätningar (PVD)

Porvolymsfördelningen hos skummaterialet enligt exempel 3 bestämdes med hjälp av PVD-apparat från Textile Research Institute, Princeton. USA. Materialet svälldes i Syntetisk urin under ca. 1 timme och dess porvolymsfördelning bestämdes därefter.

10

Materialet testades med en mekanisk belastning av 0.57 kPa. I Fig. 4a visas porvolymsfördelningen och i Fig. 4b visas den kumulativa volymen, dvs vätska i ml/g torrt prov, i porer mellan 3 μm och det på x-axeln angivna värdet.

15

Vid porvolymsbestämningen kan vätska i porer under 3 μm ej avlägsnas och fördelningskurvan beskriver därför bara porvolymsfördelningen i porer med storleken 3 μm och större. Man kan därefter genom vägning av provet efter avslutat mätning bestämma den totala vätskemängden i porer under 3 μm . Denna vätske koncentration i g/g torrt material definieras som gelvätska och blev vid denna mätning 5.62 g/g.

20

Elektronmikroskopbilder (ESEM)

Elektronmikroskopbilderna enligt Fig. 5 och 6 visar ett skummateriel framställt enligt exempel 3 i torrt respektive vått tillstånd, varav framgår att skummaterialet cellväggar svällt i samband med vätskeabsorptionen, vilket tyder på att skummets fasta fas tar en aktiv del i absorptionen. Elektronmikroskopbilderna enligt Fig. 7 och 8 visar ett kommersiellt viskosskum (Vileda) i torrt respektive vått tillstånd, där man i endast mycket ringa utsträckning kan notera en motsvarande svällning av cellväggarna i vått tillstånd.

25

...:

...:

...:

...:

...:

...:

...:

...:

Lk. t. Patent- och reg.verket

1999 -08- 3 0

17

Huvudfaxen Kassan

Patentkrav

1. Vätskeabsorberande, öppencelligt, polymert skummateriel med egenskaper som gör det lämpligt att användas som absorberande struktur i ett absorberande alster, såsom blöja, blöjbyxa, dambinda, inkontinensskydd, sår förband, båddunderlägg etc.,

kännetecknat av

att skummaterialet uppvisar en absorptionshastighet vid vätning på minst 0.4 ml/s för en rund provbit med diametern 50 mm, en vätskespridningsförmåga vid 30° lutning på minst 15 g/g och en vätskelagringsförmåga på minst 9% uppmätt genom CRC

10 (centrifuge retention kapacitet), varvid testvätskan i samtliga fall utgörs av syntetisk urin.

2. Vätskeabsorberande skummateriel enligt patentkrav 1,

kännetecknat av

15 att dess absorptionskapacitet vid vätning är minst 0.5 ml/s, dess vätskespridningsförmåga vid 30° lutning är minst 16 g/g, och dess vätskelagringsförmåga uppmält genom CRC är minst 11%.

3. Vätskeabsorberande skummateriel enligt patentkrav 1 eller 2,

20 kännetecknat av

att gelvätskeabsorptionen bestämd som den totala vätskemängden i porer under 3 µm enligt porvolymsdistributions(PVD)-mätning, uppgår till minst 4 g/g och företrädesvis minst 5 g/g syntetisk urin och att kapillärvätskeabsorptionen bestämd som den totala vätskemängden i porer mellan 3-100 µm enligt PVD-mätning, uppgår till minst 8 ml/g, företrädesvis minst 10 ml/g.

25 4. Vätskeabsorberande skummateriel enligt något eller några av föregående patentkrav,

kännetecknat av

att skummaterialet i sitt porsystem innehåller fibrer.

30:

31:

32:

33:

1999 -08- 3 0

Huvudfoxen Kossan

18

5. Metod för framställning av ett poröst, väteskeabsorberande, öppencelligt, polymert skummateriel, varvid man löser en polymer i ett lösningsmedel, tillsätter en tensid och framkallar skumbildning, och att man tillsätter en tvärbindare till den uppskummade blandningen,

5 **k ä n n e t e c k n a d a v**

att man sänker temperaturen på det bildade skummet till en temperatur under lösningsmedlets frys punkt och att tvärbindningsreaktionen för fortgå under frysningsteget, och att man därefter avlägsnar huvuddelen av lösningsmedlet från det bildade skum materialet.

10

6. Metod enligt patentkrav 5,

7 **k ä n n e t e c k n a d a v**

att polymeren är en polysackarid eller polypeptid.

15

7. Metod enligt patentkrav 5 eller 6,

7 **k ä n n e t e c k n a d a v**

att lösningsmedlet är vatten.

20

8. Metod enligt något eller några av patentkraven 5-7.

8 **k ä n n e t e c k n a d a v**

att man till polymerlösningen även tillsätter fibrer.

25

9. Metod enligt patentkrav 8,

9 **k ä n n e t e c k n a d a v**

att fibrerna är hydrofila och företrädesvis utgörs av cellulosa fibrer.

30

10. Metod enligt något eller några av föregående patentkrav.

10 **k ä n n e t e c k n a d a v**

att efter skumbildningen och före frysningen appliceras skummet i en form i vilket det befinner sig under frysningen.

1999-08-30

Huvudförexen Kassan

19

11. Absorberande struktur i ett absorberande alster såsom blöja, blöjbyxa, dambinda, inkontinensskydd, sårförband, bäddunderlägg etc..,

kännetecknad av

att den absorberande strukturen innehåller ett vätskeabsorberande öppencelligt
5 skummateriel enligt något eller några av patentkraven 1-9.

12. Absorberande struktur enligt patentkrav 11,

kännetecknad av

att sagda skummateriel ingår som enda komponent i den absorberande strukturen.

10

13. Absorberande struktur enligt patentkrav 11 eller 12,

kännetecknad av

att skummaterialet uppvisar en tredimensionell kroppsformad form.

O
P
D
D
D
D
D
D

1999 -08- 3 0

Huvudfaxen Kassan

20

Sammendrag

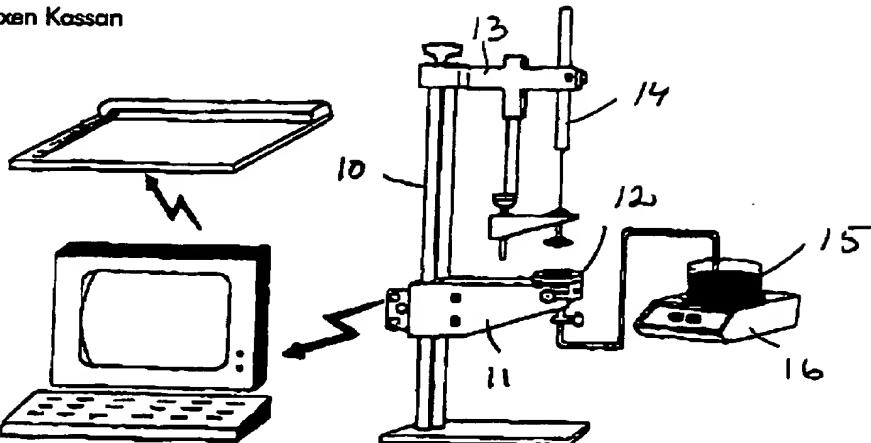
Vätskeabsorberande, öppencelligt, polymert skummateriale med egenskaper som gör det lämpligt att användas som absorberande struktur i ett absorberande alster, såsom blöja, blöjbyxa, dambinda, inkontinensskydd, sår förband, baddunderlägg etc., varvid skummaterialet uppvisar en absorptionshastighet vid vätning på minst 0.4 ml/s för en rund provbit med diametern 50 mm, en vätskespridningsförmåga vid 30° lutning på minst 15 g/g och en vätskelagringsförmåga på minst 9% uppmätt genom CRC (centrifuge retention kapacitet), varvid testvätskan i samtliga fall utgörs av syntetisk urin. Dessutom avses en metod för framställning av ett skummateriale enligt ovan samt en absorberande struktur innehållande skummaterialet.

(Publiceringsfigur 4a)

O
M
P
R
O
D
U
C
T
I
O
N
S

1999-08-30

Huvudfoxen Kassan



Figur 1.

Prov-ID: 990617-2247

Provart: skum 27/5

Lösning : sum

Geometri data

9 0 3 5 180

Vattnade-dens : 1 g/cm³

Period	: 4.0 ~ 6.8 s	mm	0.44	1.04	1.63	2.56
Abs-hast	: 0.63 ml/s	ml		0.72	1.89	4.66
Kollaps-hast	: -0.29 mm/s	cm ³ /g	3.84	9.12	14.24	22.38
Front-hast	: 0.28 mm/s					

Belastning : 0.57 kPa

Vikt : 0.266 g

Torrhalt : 84.5 %

Cellst-korr : 0 ml

Torrvikt : 0.22 g

Total-abs : 20.73 ml/g

Prov-höjdlek Abs. mängd

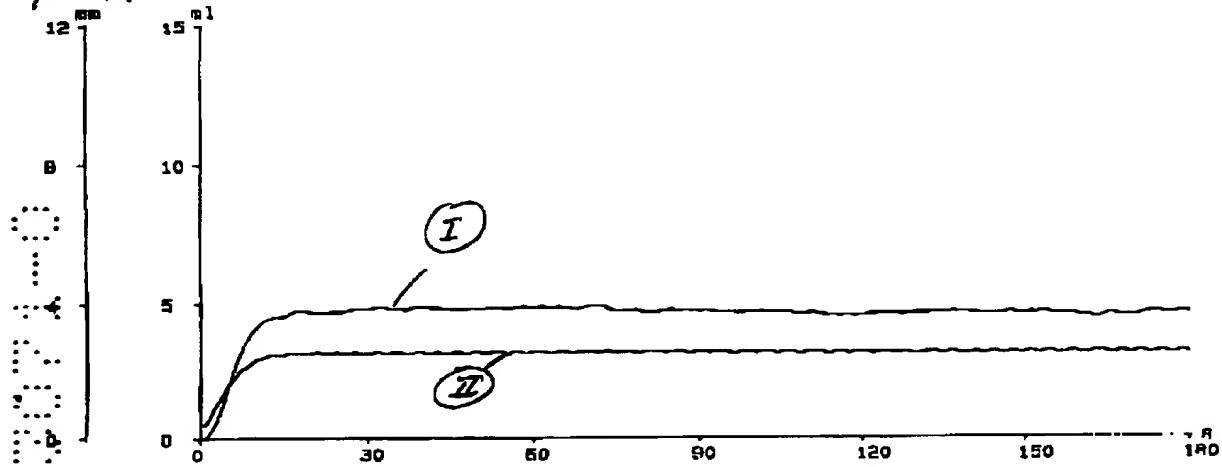


Fig. 2

1999 -08- 30

Huvudboxen Kassan

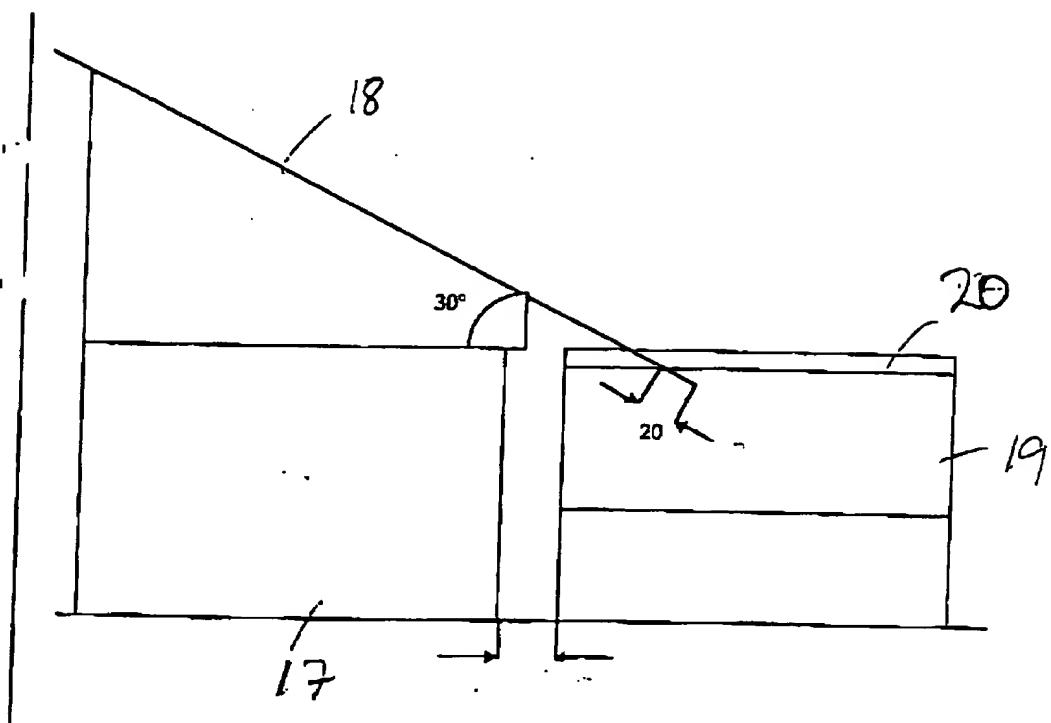


Fig. 3

ÖR
ÅRE
DE
GÖ

Huvudfoxen Kassan

Fig. 4a

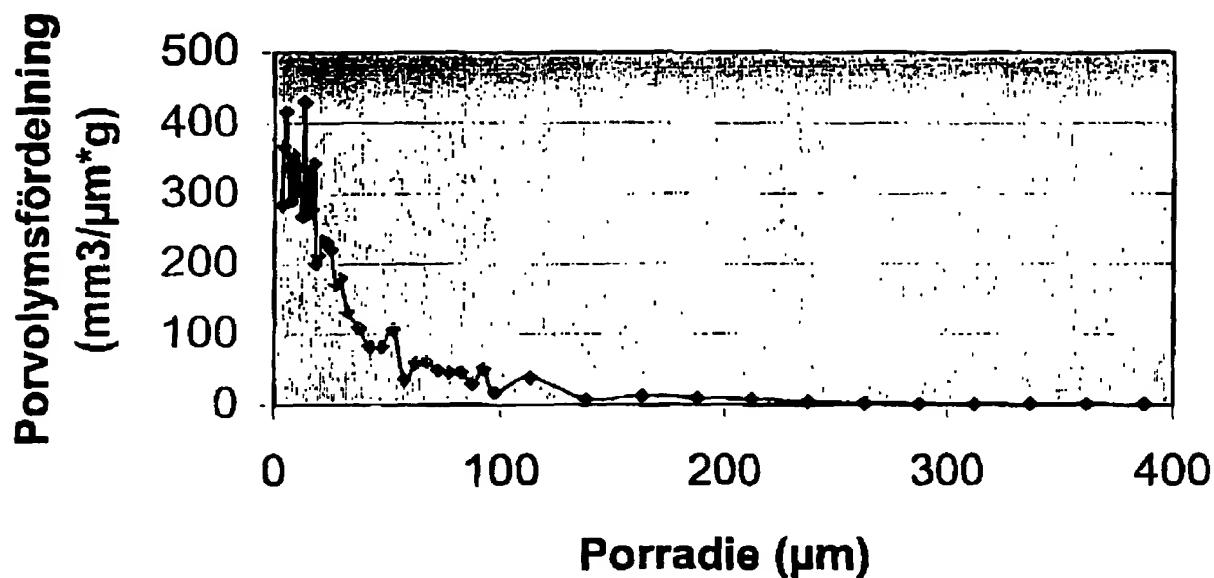


Fig. 4b

